

POLYTETRAFLUOROETHYLENE RESIN FILM AND ITS MANUFACTURE

Patent Number: JP3197122
Publication date: 1991-08-28
Inventor(s): HASHIDA SHIGETAKE
Applicant(s): NIPPON VALQUA IND LTD
Requested Patent: ■ JP3197122
Application Number: JP19890342340 19891227
Priority Number(s):
IPC Classification: B29D7/00 ; C08L27/12
EC Classification:
Equivalents: JP2992589B2

Abstract

PURPOSE: To manufacture a polytetrafluoroethylene resin (PTFE) film provided with flexibility, drape properties, superior stretching properties and superior denseness by specifying the values of tension stress and bulk density respectively.

CONSTITUTION: A PTFE film is provided with elongation of 700% or more under tension stress of 20MPa or less and bulk density of 2.2g/cm³ or more. To manufacture said film, paste composed of PTFE powder and a liquid lubricant is compression molded to form a film-like molded material molded preliminarily. Said primary molded material is rolled and its bulk density is made 2.2g/cm³ or more, and then the film-like material thus manufactured is calcined at the temperature of 327 deg.C or higher so that the same shows at least one or more of melting peaks at the temperature of 330 - 340 deg.C when melting point is measured by DSC. Said PTFE film is provided with flexibility and drape properties and also with superior elongation properties and superior denseness. The film, therefore, is used as a moisture-proof sheet, a sealing sheet, packaging film, a packing material, a gasket material, a sliding material and the like.

Data supplied from the esp@cenet database - I2

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平3-197122

⑮ Int. Cl.³

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)8月28日

B 29 D 7/00
C 08 L 27/12

LGL

7148-4F
8416-4J

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全8頁)

⑭ 発明の名称 ポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルムおよびその製造方法

⑯ 特 願 平1-342340

⑰ 出 願 平1(1989)12月27日

⑱ 発 明 者 橋 田 茂 壮 神奈川県厚木市栄町1-14-5

⑲ 出 願 人 日本バルカー工業株式 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号
会社

⑳ 代 理 人 弁理士 鈴木 俊一郎 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

ポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルム
およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1) 2.0 MPa以下の引張応力で700%以上の伸びを示し、しかも高密度が2.2 g/cm³以上であることを特徴とするポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルム。2) ポリテトラフルオロエチレン粒子と液状潤滑剤とからなるペーストを圧縮成形してフィルム状の予備成形体とし、この予備成形体を圧延して高密度が2.2 g/cm³以上とし、次いで得られたフィルム状物を327℃以上の温度で、得られる焼成物がDSCで融点測定した場合に330～340℃に少なくとも1つ以上の融解ピークを示すように焼成することを特徴とするポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルムの製造方法。

3. 発明の詳細な説明

発明の技術分野

本発明は、ポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルムおよびその製造方法に関し、さらに詳しくは、小さい引張応力で優れた伸び特性を示し、しかも密着性が高く耐ガス透過性にも優れているようなポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルムおよびその製造方法に関する。

発明の技術的背景

ポリテトラフルオロエチレン樹脂(以下PTFEと略記することがある)は、周知のように、耐熱性、耐薬品性、電気絶縁性、非粘着性、自己潤滑性といった数々の優れた特性を有しているため、近年、各種工業分野をはじめとして医療分野、日常生活用品の分野など広範囲に利用されている。

たとえばPTFE未焼成フィルムは、緻密性には劣るが、しなやかでかつなじみ性があり、しかも上記のようなPTFEの特性を有しているため、ネジ目に対してなじみやすく、またネジからの脱着も容易であるため、ネジ継手のシール材として広く用いられている。

このようなPTFE未焼成フィルムは、テトラ

フルオロエチレンの乳化重合などによって得られるPTFE微粒子にナフサなどの液状潤滑剤を配合して、得られた配合物をペースト押出して予備成形し、次いでこの予備成形体をロールなどにて圧延してフィルム状物とした後、液状潤滑剤を除くことによって製造されている。

さらにまた、PTFE粉末を金型内に充填した後、加圧成形して予備成形体とし、この予備成形体をPTFEの融点以上の温度で焼成した後、所定の厚さに切削することによって製造されるPTFE焼成フィルムも知られている。このPTFE焼成フィルムは、緻密で引張強度も大きいので、電線、ケーブルなどの電気機器などの絶縁フィルム、滑り材あるいはガスケットなどとして広く用いられている。

上記のようにPTFE未焼成フィルムとPTFE焼成フィルムとは、全く異なる特性を有しているが、もしPTFE未焼成フィルムのようにしなやかでなじみ性があるとともに優れた伸び特性を有し、かつPTFE焼成フィルムのように緻密性

があり優れた伸び特性を有しているが、緻密性に劣るため、ガス透過度が大きく、薬品の保護という点では問題がある。そしてこのPTFE未焼成フィルムの緻密性を高めるためにロールで圧延してその密度を 2.1 g/cm^3 以上とすることも考えられるが、このようにすると、得られるフィルムは、伸び特性が著しく低下し、わずかに引き伸ばしただけで破壊されてしまう。

発明の目的

本発明は、上記のような従来技術に鑑みてなされたものであって、しなやかでなじみ性があるとともに優れた伸び特性を有し、しかも緻密性にも優れたPTFEフィルムを提供することを目的としている。

発明の概要

本発明に係るポリテトラフルオロエチレン樹脂フィルムは、 20 MPa 以下の引張応力で 700% 以上の伸びを有し、しかも嵩密度が 2.2 g/cm^3 以上であることを特徴としている。

また本発明に係るポリテトラフルオロエチレン

に優れたPTFEフィルムが出現すれば、その利用価値は極めて大きい。

たとえば、しなやかでなじみ性があるとともに優れた伸び特性を有し、かつ緻密性に優れたPTFEフィルムは、試験管、ピーカーなどの薬品容器を密封するためのフィルムとして最適である。すなわち薬品容器密封用フィルムを容器端部で引き伸ばして容器の開口部を密封するためには、PTFE未焼成フィルムのようにしなやかでなじみ性があるとともに優れた伸び特性を有していることが必要であり、また容器内の薬品を保護するためには、耐薬品性、耐熱性およびガス不透過性にも優れていることが必要である。

ところで薬品容器密封用フィルムとして、PTFE焼成フィルムを用いようとする、該フィルムは耐薬品性、耐熱性、ガス不透過性には優れているが、引張強度が大きいので、該フィルムを容器端部で引き伸ばしながら容器を密封するのは難しく、また容器端部への密着性にも乏しい。

一方PTFE未焼成フィルムは、しなやかでな

樹脂フィルムの製造方法は、ポリテトラフルオロエチレン粒子と液状潤滑剤とからなるペーストを圧縮成形してフィルム状の予備成形体とし、この予備成形体を圧延して嵩密度が 2.2 g/cm^3 以上とし、次いで得られたフィルム状物を 327°C 以上の温度で、得られる焼成物がDSCで融点測した場合に $330 \sim 340^\circ\text{C}$ とに少なくとも1つ以上の融解ピークを示すように焼成することを特徴としている。

発明の具体的説明

以下本発明に係るPTFEフィルムおよびその製造方法について具体的に説明する。

まず本発明に係るPTFEフィルムについて説明すると、このPTFEフィルムは、ペースト押出方向と直角方向に 20 MPa 以下の引張応力で 700% 以上の伸びを示し、しかも嵩密度は 2.2 g/cm^3 以上である。好ましくは 18 MPa 以下の引張応力で 1000% 以上より好ましくは 1300% 以上の伸びを示し、嵩密度は $2.4 \sim 2.8 \text{ g/cm}^3$ である。

なお本明細では、PTFEフィルムはPTFEシートを含んで意味している。

このような本発明に係るPTFEフィルムの応力-伸び曲線の一例を第1図に示す。この第1図において、曲線Aは実施例1で得られたPTFEフィルムの応力-伸び曲線であるが、20MPaの引張応力で700%以上の伸びを示している。

これに対してPTFE焼成フィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Dに示す。このPTFE焼成フィルムは、引張強度が大きく、20MPa以下の引張応力では700%以上の伸びを示さない。

次に上記のようなPTFEフィルムの製造方法について説明する。

PTFEフィルムを製造するためには、原料として、PTFE粉末が用いられるが、このPTFE粉末はその平均粒径が25~900 μ m好ましくは400~600 μ mであることが望ましい。このようなPTFE粉末は、たとえばテトラフルオロエチレンの乳化重合によって得ることができる。

またフィルムの膜厚は、40~100 μ m好ましくは80~500 μ m程度である。

次いで上記のようにして得られたフィルム状の予備成形体をローラなどで圧延して、嵩密度を2.2g/cm³以上好ましくは2.2~2.8g/cm³さらに好ましくは2.3~2.6g/cm³とする。

なおこのようにして圧延されたフィルム状物では、PTFE粒子は互いに融着されておらず、引張ると伸びずに破壊されてしまう。

本発明では、上記のようなフィルム状物を327℃以上の温度好ましくは340~380℃さらに好ましくは350~360℃の温度で焼成する。この際の焼成時間は、焼成されたPTFEフィルムをDSC(熱走査熱量計)で融点測定すると、330~340℃に少なくとも1つ以上の融解ピークを示すような時間であることが好ましい。具体的には、焼成時間は、焼成温度によって大きく異なるが、たとえば350℃で焼成する場合には1~2分程度である。

焼成は、窒素などの不活性ガス中あるいは空気

本発明では、まず上記のようなPTFE粉末を、液状潤滑剤に配合して、均一に分散させてペーストを調製する。液状潤滑剤としては、たとえばソルベントナフサ、白灯油などが用いられる。また液状潤滑剤は、PTFE粉末100重量部に対して15~30重量部好ましくは20~25重量部の量で用いられる。

上記のようにして得られたペーストを、5~40kgf/cm²好ましくは10~20kgf/cm²程度の圧力で圧縮成形して、たとえば丸棒状などの形状とし、次いで、さらにロールなどによって圧延し、フィルム状の予備成形体とする。この予備成形体を100~150℃程度の温度で乾燥し、予備成形体中に含まれる液状潤滑剤を除去する。

この予備成形体を得るに際して0~340%一軸方向に延伸することができ、延伸することによって優れた伸び特性を有するPTFEフィルムを得ることができる。

このようにして得られた予備成形体は、その嵩密度は、一般に0.4~1.6g/cm³程度である。

中で行なうことができる。

本発明に係るPTFEフィルムが、330~340℃に少なくとも1つの融解ピークを示すことは、原料の未焼成PTFEの融解ピークが330~340℃にあり、焼成PTFEの融解ピークが324~330℃にあることを考慮すると、本発明に係るPTFEフィルムは完全には焼成されておらず、しかも一部が焼成されていることを意味していると考えられる。

またこのような本発明に係るPTFEフィルムは、上述のように330~340℃に少なくとも1つの融解ピークを示すとともに、324~330℃に少なくとも1つの融解ピークを示すことが好ましい。

そして324~330℃に現われる融解ピーク【I】の高さと、330~340℃に現われる融解ピーク【II】の高さとの比【I】：【II】は、1：2以上好ましくは1：2~9さらに好ましくは1：5~8であることが望ましい。

上記のような焼成PTFEのDSC測定は、下

記のようにして行なう。すなわち試料10mgをアルミパンに入れ、昇温速度5℃/分で測定する。

なお上記のようなフィルム状物を327℃以上の温度で完全に焼成すると、得られるPTFEフィルムは330～340℃に融解ピークを示さない。

本発明で得られるPTFEフィルムは、上記のように20MPa以下の引張応力で700%以上の伸びを示し、しかも嵩密度は2.2g/cm³以上であるが、さらに緻密性に優れ、2kgf/cm²の圧力を加えて空気透過試験を行なっても空気の透過は認められない。

発明の効果

本発明に係るPTFEフィルムは、しなやかでなじみ性があるとともに優れた伸び特性を有し、しかも緻密性にも優れている。したがってこのようなPTFEフィルムは、防湿シート、密封シート、包装フィルム、パッキン材、ガスケット材、滑り材などとして用いることができる。

以下本発明を実施例によって説明するが、本発

得られたPTFEフィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Aに示す。またこのPTFEフィルムのDSC曲線を第2図に示す。

実施例2

実施例1において、フィルム状予備成形体[A]の延伸率を70%として嵩密度1.04g/cm³とし、またロールによる圧延によって嵩密度2.45g/cm³のPTFE未焼成フィルムとした以外は、実施例1と同様にした。

得られたPTFEフィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Bに示す。またこのPTFEフィルムのDSC曲線を第3図に示す。

実施例3

実施例1において、フィルム状予備成形体[A]を延伸せずに、ロールで圧延して嵩密度2.6g/cm³の未焼成フィルムとした以外は、実施例1と同様にした。

得られたPTFEフィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Cに示す。またこのPTFEフィルムのDSC曲線を第4図に示す。

明はこれら実施例に限定されるものではない。

実施例1

平均粒径が550μmであるPTFEファインパウダ(旭ガラス、CD-1)100重量部を、液状潤滑剤(アイソパーM)22重量部に配合し、均一に分散させてペーストとした。

このペーストを、圧力40kgf/cm²で丸棒状に押出し、これをロールで圧延してフィルム状の予備成形体[A]とした。次いでフィルム状予備成形体を150℃で乾燥して液状潤滑剤を除去するとともに、ペースト押出方向に200%延伸した。このようにして得られたPTFE未焼成フィルムの嵩密度は0.58g/cm³であり、膜厚は0.1mmであった。

次にこのPTFE未焼成フィルムをロールによって圧延して、該フィルムの嵩密度を2.56g/cm³とした。

このようにして得られたPTFE未焼成フィルム[B]を空气中において350℃で1分間焼成した。

比較例1

実施例1において、PTFE未焼成フィルムを350℃で7分間焼成した以外は、実施例1と同様にした。

得られた完全焼成PTFEフィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Dに示す。またこのPTFEフィルムのDSC曲線を第5図に示す。

比較例2

実施例2において、PTFE未焼成フィルムを350℃で3分間焼成した以外は、実施例2と同様にした。

得られたPTFEフィルムの応力-伸び曲線を第1図曲線Eに示す。

なお未焼成PTFEフィルムのDSC曲線を第6図に示す。

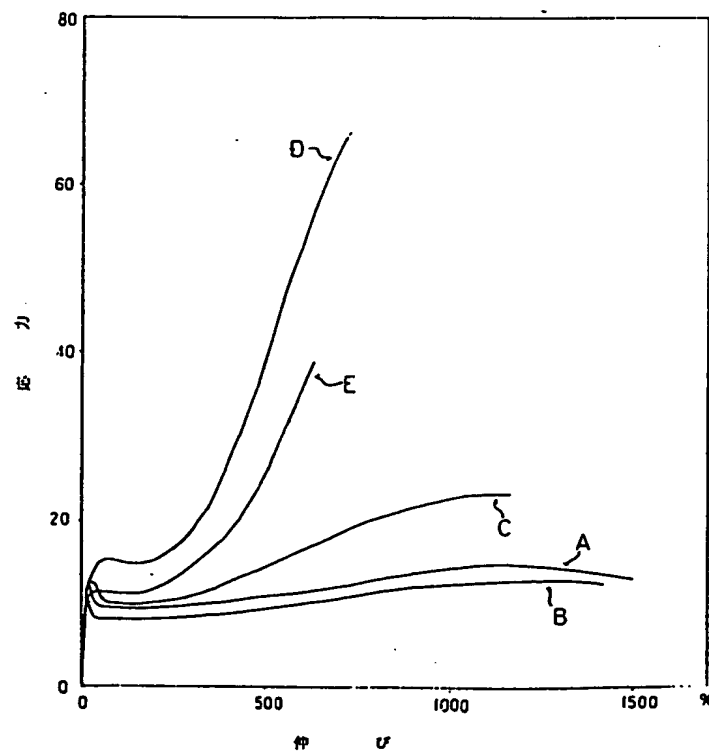
4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明に係るPTFEフィルムの応力-伸び曲線(曲線A～C)および従来のPTFEフィルムの応力-伸び曲線(曲線D～E)を示す図である。

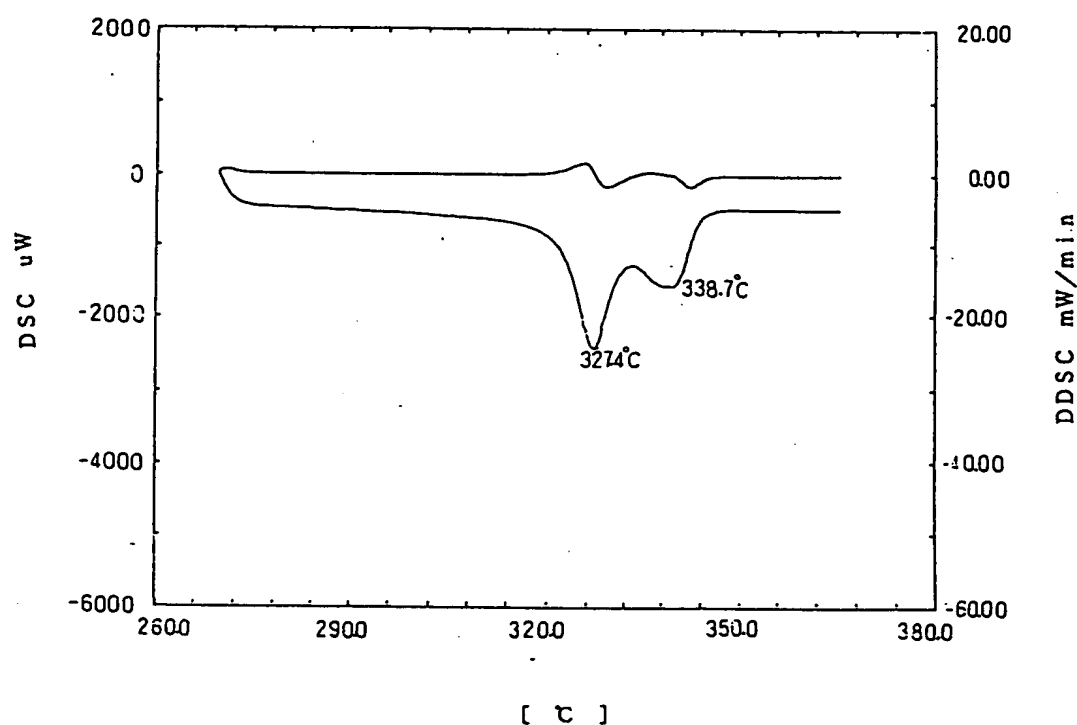
第2図～第4図は、本発明に係るPTFEのDSC曲線であり、第5図は従来公知の焼成PTFEフィルムの変力-伸び曲線であり、第6図は未焼成PTFEフィルムのDSC曲線である。

代理人 弁理士 鈴木 俊一郎
代理人 弁理士 前田 均

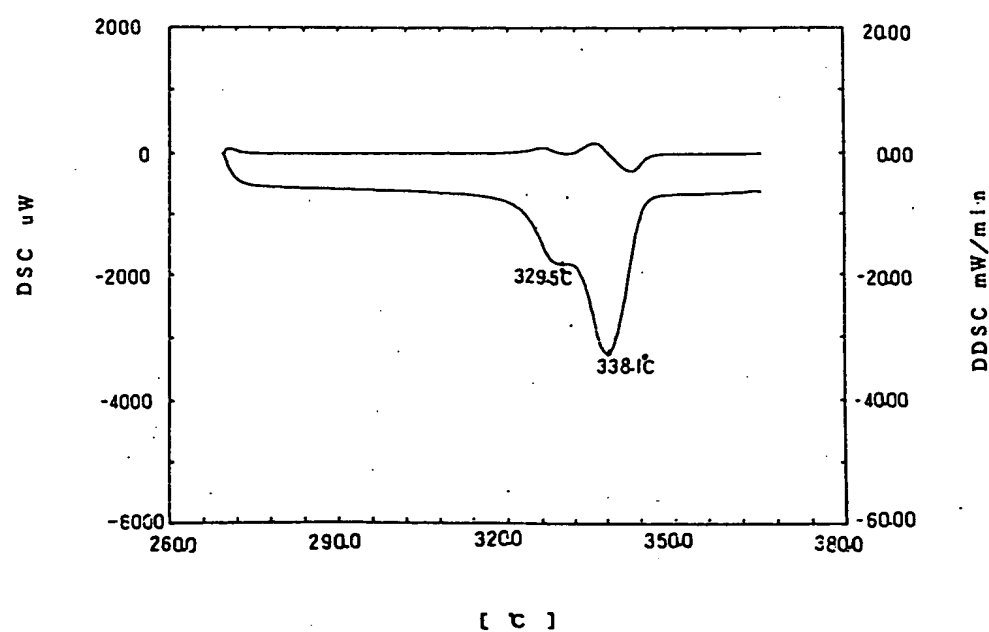
第 1 図



第 2 図



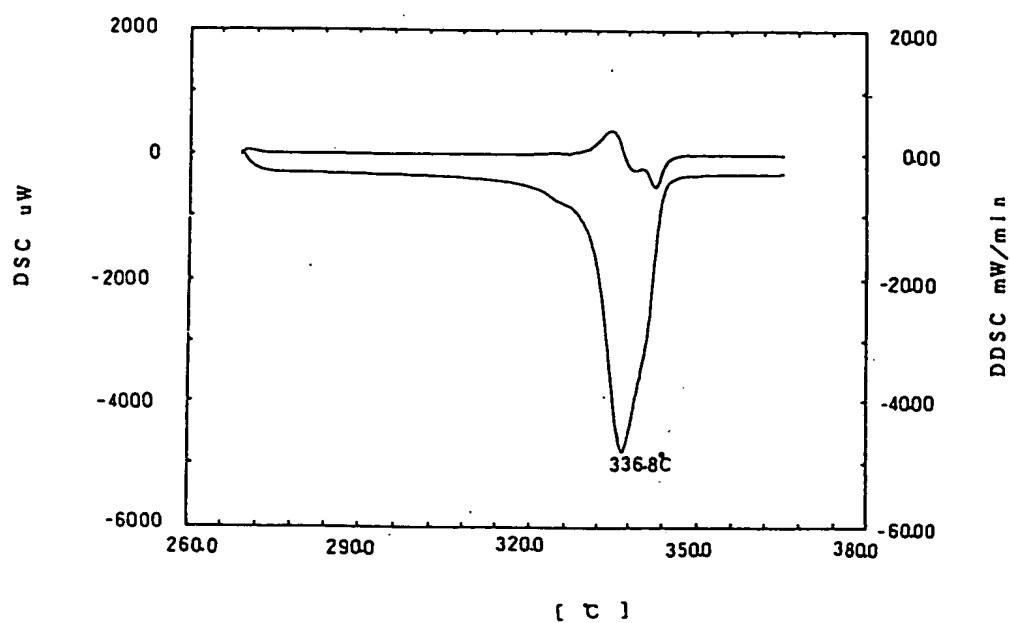
第 3 図



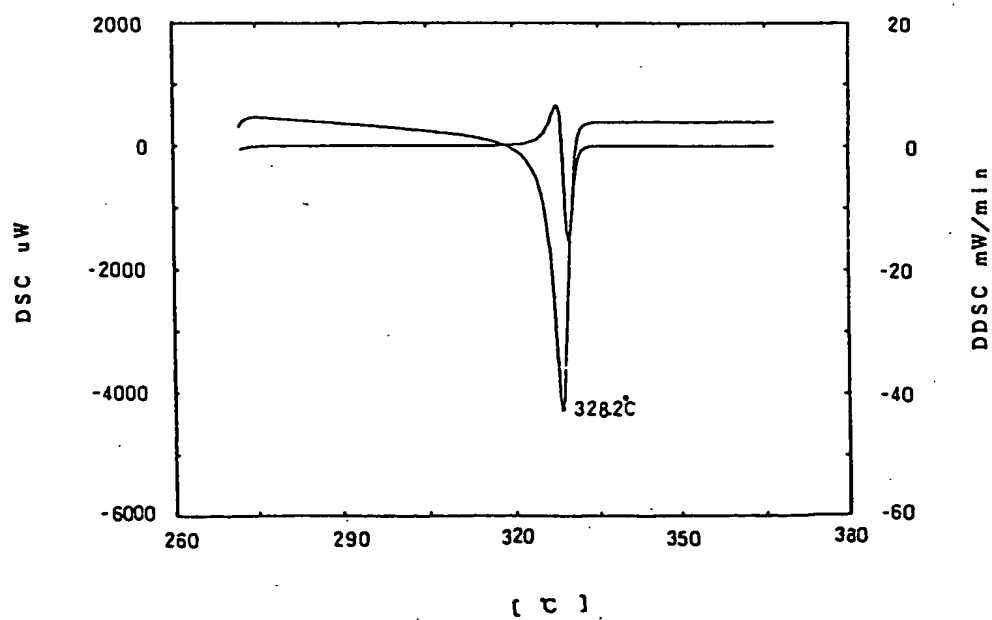
3)

特開平3-197122 (7)

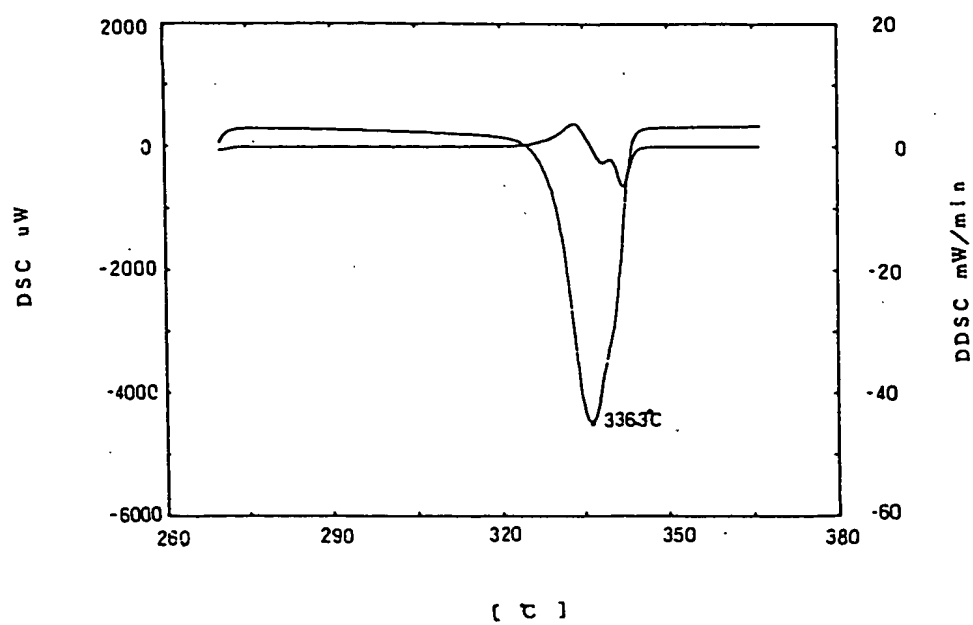
第 4 図



第 5 図



第 6 図



* NOTICES *

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim]

[Claim 1] The manufacturing method of the fluororesin sintered compact characterized by sintering after mixing the powder of a fluororesin, and at least one sort of low-temperature resolvability binders, injection molding mixture and carrying out degreasing processing of the Plastic solid.

[Claim 2] The manufacturing method of the fluororesin sintered compact of the claim 1 publication whose melt viscosity of the aforementioned fluororesin is 105-1013P.

[Claim 3] The manufacturing method of the claim 1 whose aforementioned fluororesin is PTFE, PFA, or FEP, or a fluororesin sintered compact given in two.

[Claim 4] The manufacturing method of the claims 1 and 2 whose aforementioned low-temperature resolvability binders are organic system binders of 100-320 degrees C of decomposition temperatures, or a fluororesin sintered compact given in three.

[Translation done.]

10.5 × 10¹⁰ P